

Express Mail N.  
EV336653492US

Int. Cl. 2:

C 07 D 213/80

AE

DT 25 38 950 A 1

⑤1

①9 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Behördeneigentum

①1

# Offenlegungsschrift 25 38 950

②1

Aktenzeichen:

P 25 38 950.8

②2

Anmeldetag:

2. 9. 75

④3

Offenlegungstag:

3. 3. 77

③0

Unionspriorität:

②2 ③3 ③1

⑤4

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von 2,6-Dichlor-nicotinsäuren

⑦1

Anmelder:

BASF AG, 6700 Ludwigshafen

⑦2

Erfinder:

Lamm, Gunther, Dipl.-Chem. Dr., 6733 Hassloch

DT 25 38 950 A 1

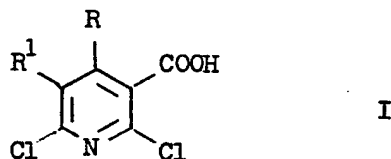
2538950

Unser Zeichen: O.Z. 31 517 Bg/Fe

6700 Ludwigshafen, 29.8.1975

Verfahren zur Herstellung von 2,6-Dichlor-nicotinsäuren

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel I

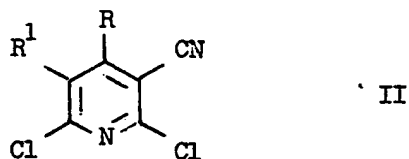


in der

R Wasserstoff oder C<sub>1</sub>- bis C<sub>5</sub>-Alkyl und

R<sup>1</sup> Wasserstoff, Methyl oder Äthyl

bedeuten, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man Verbindungen der Formel II



in konzentrierter Schwefelsäure erhitzt.

R ist vorzugsweise Methyl und  
R<sup>1</sup> Wasserstoff.

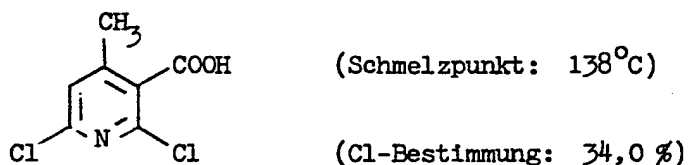
Unter konzentrierter Schwefelsäure werden im Sinne der vorliegenden Erfindung 90 bis 102, vorzugsweise 94 bis 98 %ige Säuren verstanden.

Zweckmäßigerweise wird das Verfahren so durchgeführt, daß man die Verbindung der Formel II in der Schwefelsäure auf Temperaturen von 140 - 190 °C, vorzugsweise 160 - 170 °C, erhitzt. Die Reaktionsdauer beträgt je nach den Substituenten R und R<sup>1</sup> ca. 10 Stunden. Nach der Umsetzung kann man zweckmäßigerweise mit Eiswasser verdünnen und die ausgefallenen Verbindungen der Formel I z. B. durch Absaugen isolieren.

Angaben über Teile und Prozente in den folgenden Beispielen beziehen sich, sofern nicht anders vermerkt, auf das Gewicht.

Beispiel 1

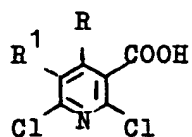
187 Teile 2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäurenitril werden in 400 Teile 96 bis 98 prozentige Schwefelsäure eingerührt. Dann erhitzt man das Gemisch auf 160°C und rührt 10 Stunden bei dieser Temperatur. Nach dem Erkalten läßt man das Gemisch unter Rühren auf 1 100 Teile Eis laufen und kühlt nach dem Auflösen des Eises auf 5 bis 10°C ab. Das ausgefallene weiße Produkt wird abfiltriert und mit wenig eiskaltem Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen erhält man 140 Teile der Verbindung der Formel



Wenn man die Umsetzung bei tieferer Temperatur (z.B. bei 130°C) vornimmt, wird 2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäureamid erhalten.

2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäure kann nach den üblichen Verfahren zu 2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäurechlorid (Öl) umgesetzt werden.

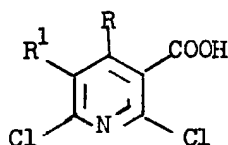
2538950



Bsp.					
Nr.	R	R¹	Summenformel	ber. Cl	gef. Cl
2	H	H	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> NO <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	36,9	36,5
3	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	32,25	32,0
4	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> (n)	H	C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> NO <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	34,4	34,1
5	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	30,4	30,1
6	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	32,25	32,0

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von 2,6-Dichlor-nicotinsäuren  
der allgemeinen Formel

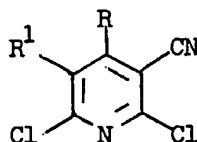


in der

R Wasserstoff oder C<sub>1</sub>- bis C<sub>5</sub>-Alkyl und

R¹ Wasserstoff, Methyl oder Äthyl

bedeuten, dadurch gekennzeichnet, daß man Verbindungen der  
Formel



in konzentrierter Schwefelsäure erhitzt.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man  
90- bis 102-prozentige Schwefelsäure verwendet.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß man 94- bis 98-prozentige Schwefelsäure verwendet.
4. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet,  
net, daß man die Umsetzung bei Temperaturen zwischen 140 und  
190°C, vorzugsweise 160 bis 170°C, vornimmt.

BASF Aktiengesellschaft

*B*